

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-116399

(43) 公開日 平成11年(1999) 4月27日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 3 0 B 29/36

C 3 0 B 29/36

Z

C 0 4 B 35/56

23/00

C 3 0 B 23/00

C 0 4 B 35/56

P

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平9-284035

(22) 出願日 平成9年(1997)10月16日

(71) 出願人 000004260

株式会社デンソー

愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地

(72) 発明者 北岡 英二

愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会

社デンソー内

(72) 発明者 花沢 龍行

愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会

社デンソー内

(72) 発明者 亀山 美知夫

愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会

社デンソー内

(74) 代理人 弁理士 伊藤 洋二 (外1名)

最終頁に続く

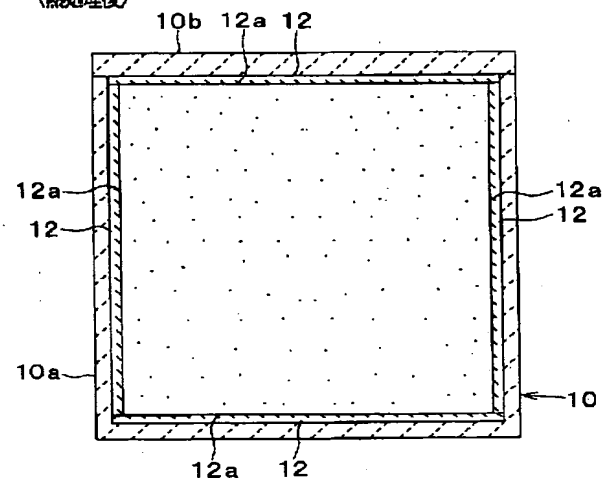
(54) 【発明の名称】 炭化タンタルのコーティング方法及びこの方法を用いて製造した単結晶製造装置

(57) 【要約】

【課題】 単結晶製造装置に備えられるルツボの内壁に、均一な炭化タンタルをコーティングする。

【解決手段】 黒鉛製ルツボ10の内壁にタンタル板12を配置する。そして、タンタル板12と接触するように炭素粉末13を充填してタンタル板12を覆う。その後、黒鉛製ルツボ10を加熱してタンタル12を炭化させると、黒鉛製ルツボ10の内壁が炭化タンタル12aでコーティングされる。このように、タンタル板12と接触するように炭素粉末13を充填して、タンタル板12を炭化させると、均一な炭化タンタル12aでタンタル板12がコーティングされる。

(熱処理後)



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 タンタル（1、12）と接触するように固体状の炭素（3、13）を配置し、該炭素（3、13）にて該タンタル（1、12）を覆う工程と、加熱処理を行って前記タンタル（1、12）の表面を炭化させることにより、該タンタル（1、12）の表面を炭化タンタル（1a、12a）でコーティングする工程と、有することを特徴とする炭化タンタルのコーティング方法。

【請求項 2】 前記炭素（3、13）は粉末状のものとあり、この粉末状の炭素（3、13）によって前記タンタル（1、12）の表面全体を覆うようにすることを特徴とする請求項 1 に記載の炭化タンタルのコーティング方法。

【請求項 3】 ルツボ（10）を備え、該ルツボ（10）内に配置した種結晶（21）の表面に単結晶（22）を成長させる単結晶製造装置において、請求項 1 又は 2 に記載の炭化タンタルのコーティング方法によって、前記ルツボ（10）の内壁が炭化タンタル（12a）でコーティングされていることを特徴とする単結晶製造装置。

【請求項 4】 ルツボ（10）を備え、該ルツボ（10）内に配置した種結晶（21）の表面に単結晶（22）を成長させる単結晶製造装置において、前記ルツボ（10）の少なくとも内壁をタンタル（12）で構成すると共に、前記タンタル（12）と接触するように固体状の炭素（13）を充填して前記内壁を覆い、さらに前記ルツボ（10）を加熱して前記タンタル（12）を炭化させることにより、前記ルツボ（10）の内壁が炭化タンタル（12a）でコーティングされていることを特徴とする単結晶製造装置。

【請求項 5】 請求項 3 又は 4 の単結晶製造装置を用いた単結晶の製造方法において、前記単結晶（22）の原料粉末（20）を前記ルツボ（10）内に配置し、この原料粉末（20）を不活性ガス雰囲気中で加熱昇華させることで、前記原料粉末（20）よりやや低温になっている前記種結晶（21）の表面側に前記単結晶（22）を成長させることを特徴とする単結晶の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、タンタル（Ta）を炭化させることにより、タンタルを炭化タンタル（TaC）でコーティングする方法及びこの方法を用いて製造した単結晶製造装置に関し、特に昇華再結晶法を用いて単結晶基板上に単結晶を成長させる単結晶製造装置に適用して好適である。

【0002】

【従来の技術】炭化珪素等の単結晶を製造する方法とし

て、昇華再結晶法が広く用いられている。この昇華再結晶法では、一面が開口したコップ形状を成すルツボ本体と、このルツボ本体の開口面を覆う蓋材とから構成された黒鉛製ルツボを単結晶製造装置として用いており、黒鉛製ルツボ内に配置させた炭化珪素原料を昇華させて、蓋材に配置された種結晶に単結晶を成長させるようにしている。

【0003】しかしながら、この黒鉛製ルツボを用いて炭化珪素単結晶を成長させた場合、黒鉛製ルツボから蒸発した炭素が成長する炭化珪素単結晶に付着してしまい、この付着した部分だけ結晶成長が止まって空洞化するという、いわゆるマイクロパイプが発生してしまうという問題がある。このため、内壁が炭化タンタルでコーティングされたルツボを用いることで炭素の蒸発を抑制し、良好な炭化珪素単結晶が成長できるようにすることが提案されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、コーティングされた炭化タンタルの均一さ、例えば炭化された領域（炭化層）の厚みによって、成長する炭化珪素単結晶の品質が異なってくるため、より品質の高い炭化珪素単結晶を結晶成長させられようような均一な炭化タンタルをコーティングできる方法は重要である。

【0005】本発明は上記問題に鑑みてなされ、均一な炭化タンタルのコーティングができる炭化タンタルのコーティング方法を提供することを第 1 の目的とする。単結晶製造装置の内壁に均一な炭化タンタルをコーティングする方法及び、このコーティング方法を用いて製造した単結晶製造装置を提供することを第 2 の目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、以下の技術的手段を採用する。請求項 1 に記載の発明においては、タンタルと接触するように固体状の炭素（3、13）を配置することでタンタル（1、12）を覆い、加熱処理を行ってタンタル（1、12）の表面を炭化させることによって、該タンタル（1、12）の表面を炭化タンタル（1a、12a）でコーティングすることを特徴としている。

【0007】このように、タンタル（1、12）と接触するように固体状の炭素（3、13）を配置し、タンタル（1、12）を炭素（3、13）で覆うようにして該タンタル（1、12）を炭化させて炭化タンタル（1a、12a）を形成すると、炭化タンタル（1a、12a）をタンタル（1、12）の表面に均一に形成することができる。

【0008】請求項 2 に記載の発明においては、炭素（3、13）は粉末状のものとあり、この粉末状の炭素（3、13）によってタンタル（1、12）の表面全体を覆うようにすることを特徴としている。このように、粉末状の炭素（3、13）を用いると、タンタル（1、

12)の表面をほぼ完全に覆うことができるため、より効果的にタンタル(1、12)の表面に均一に炭化タンタル(1a、12a)を形成することができる。

【0009】請求項3に記載の発明においては、単結晶製造装置に備えられるルツボ(10)は、請求項1又は2に記載の炭化タンタルのコーティング方法によって、その内壁が炭化タンタル(12a)でコーティングされていることを特徴としている。このように、請求項1又は2に記載の炭化タンタルのコーティング方法を用いて単結晶製造装置に備えられるルツボ(10)の内壁を炭化タンタル(12a)でコーティングすれば、均一な炭化タンタル(12a)がコーティングされた内壁を有するルツボ(10)とすることができる。この場合、内壁を覆うようにタンタル(12)を予め配置しておいて炭化タンタル(12a)のコーティングを行う方法、ルツボ(10)全体をタンタル(12)で構成しておいて少なくとも内壁の部分を炭化タンタル(12a)でコーティングするようにする方法、若しくはルツボ(10)の内壁を覆うような形状に成形したタンタル(12)を予め炭化タンタル(12a)でコーティングしておき、後でルツボ(10)内に内蔵したりする方法等を採用することができる。

【0010】請求項4に記載の発明においては、ルツボ(10)の少なくとも内壁をタンタル(12)で構成すると共に、タンタル(12)と接触するように固体状の炭素(13)を充填して内壁を覆い、さらにルツボ(10)を加熱してタンタル(12)を炭化させることによって、ルツボ(10)の内壁を炭化タンタル(12a)でコーティングしていることを特徴としている。

【0011】このように、ルツボ(10)の少なくとも内壁をタンタル(12)で構成し、このルツボ(10)の中にタンタル(12)と接触するように固体状の炭素(13)を充填して加熱処理を施せば、内壁に例えば厚みが均一な炭化タンタル(12a)が形成されたルツボ(10)とすることができる。なお、内壁をタンタル(12)で構成するためには、例えばルツボ(10)の内壁を覆うようにタンタル(12)を配置したり、ルツボ(10)全体をタンタル(12)で構成したりすればよいが、タンタルは高価な材料であるため、部分的に用いる前者の方がコスト削減を図ることができる。

【0012】そして、請求項5に示すように、請求項3又は4の単結晶製造装置を用いて、単結晶(22)の原料粉末(20)をルツボ(10)内に配置し、この原料粉末(20)を不活性ガス雰囲気中で加熱昇華させることで、原料粉末(20)よりやや低温になっている種結晶(21)の表面側に単結晶(22)を成長させるようにすれば、単結晶(22)にマイクロパイプが発生することを抑制することができる。これにより、高品質な単結晶(22)を製造することができる。

【0013】

【発明の実施の形態】以下、この発明の実施の形態を図面に従って説明する。まず、炭化タンタルをコーティングする方法の概略について説明する。図1(a)に炭化タンタルのコーティング工程を示す模式図を示し、図1(b)に炭化タンタル1aのコーティングが施されたタンタル板1の断面図を示す。これらの図に基づき炭化タンタル1aのコーティング方法の概略について説明する。

【0014】まず、ルツボ2内に充填された炭素粉末3内にタンタル板1を内蔵し、タンタル板1全体が炭素粉末3と接触した状態で覆われるようにする。この場合、炭素をタンタル板1に接触させるのが目的であるため、炭素は固体状のものであればよく、炭素粉末3の代わりに固形の炭素を用いることもできる。但し、炭素粉末3のように粉末状のものを用いると、より完全にタンタル板1の全体に炭素を接触させることができるため、粉末状のものを用いると効果的である。

【0015】そして、ルツボ2内をアルゴン(Ar)雰囲気中で圧力100 Torrにして、2400℃、2時間の加熱処理を行う。このような加熱処理を行うと、図1(b)の斜線部で示すように、タンタル板1の表面に、150μmの膜厚を有する炭化タンタル1aが形成される。この炭化タンタル1aは、炭素粉末3がタンタル板1と接触するような状態で形成されているため、炭化タンタル1aが全体的に均一なもの、例えば厚みが均一なものとなる。

【0016】このような炭化タンタルのコーティング方法を利用して、結晶成長用ルツボとして用いられる黒鉛製ルツボの内壁に炭化タンタルを形成する方法を示す。図2に、黒鉛製ルツボ10の内壁に炭化タンタルをコーティングするときの工程を表す模式図を示す。まず、黒鉛製ルツボ10をルツボ11内に入れる。このルツボ11は、黒鉛製ルツボ10の内壁を炭化タンタルでコーティングするために用いるものであり、単結晶を成長させる時には黒鉛製ルツボ10のみを用いる。

【0017】黒鉛製ルツボ10は、上面が開口している円筒状のコップ形状をしたルツボ本体10aと、ルツボ本体10aの開口部を塞ぐ蓋材10bとから構成されている。このため、黒鉛製ルツボ10の内壁を成すルツボ本体10aの内壁全面及び蓋材10bの下面全面に、成形したタンタル板12を配置する。具体的には、ルツボ本体10aの側面部分にはタンタル板12を円筒形状に加工したものを貼付け、ルツボ本体10aの底面部分及び蓋材10bの下面にはタンタル板12を円形状に加工したものを貼付けるようにしている。

【0018】そして、ルツボ本体10aに炭素粉末13を充填し、蓋材10bを閉める。このときに、炭素粉末13が蓋材10bの下面に貼付けられたタンタル板12の全面に接触する程度まで、ルツボ本体10aに炭素粉末13を充填する。これにより、黒鉛製ルツボ10の内

壁を成す部分に貼付けられたタンタル板12の全面が炭素粉末13と接触した状態となる。

【0019】次に、上述と同様の条件下でルツボ11を加熱処理し、黒鉛製ルツボ10内のタンタル板12と炭素粉末13とを反応させる。このような加熱処理を行うと、図3に示すように、黒鉛製ルツボ10の内壁に相当するタンタル板12の表面は均一な炭化タンタル11aでコーティングされたものとなる。これにより、内壁が炭化タンタル11aでコーティングされた黒鉛製ルツボ10が形成される。

【0020】このように形成された黒鉛製ルツボ10が、アルゴンガス等が導入できる真空容器を有し、ヒータにて黒鉛製ルツボ10を加熱できる装置内に備えられて、単結晶製造装置が完成する。この黒鉛製ルツボ10を備えた単結晶製造装置を用いて炭化珪素単結晶を製造する方法を図4に基づいて説明する。

【0021】まず、ルツボ本体10aに、炭化珪素原料粉末20を充填する。そして、台座となる蓋材10bの下面に、種結晶となる炭化珪素単結晶基板21を貼付けたのち、蓋材10bをルツボ本体10aに取り付ける。これにより、黒鉛製ルツボ10が塞がれて密封系となる。次に、黒鉛製ルツボ10内の圧力、炭化珪素原料粉末20や炭化珪素単結晶基板21の温度をそれぞれ変化させる。具体的には、黒鉛製ルツボ10内をアルゴンガス雰囲気にし、その圧力を500 Torrにする。さらに、炭化珪素原料粉末20の温度が約2400℃、種結晶である炭化珪素単結晶基板21の温度が約2300℃になるようにヒータを加熱する。その後、炭化珪素原料粉末20の温度を約2400℃、炭化珪素単結晶基板21の温度を約2300℃に保ちつつ、黒鉛製ルツボ10内のアルゴンガス雰囲気の圧力が約1 Torrになるまで減圧する。

【0022】続いて、炭化珪素原料粉末20の温度が約2400℃、炭化珪素単結晶基板21の温度が約2300℃で保たれるように、ヒータのパワーをフィードバック調整しつつ、アルゴンガス雰囲気の圧力を1 Torrのまま維持する。これにより、露出した炭化珪素単結晶基板21の表面上に炭化珪素単結晶22が結晶成長し、同一多形を有する結晶欠陥の少ない高品質なバルク状の炭化珪素単結晶22のインゴットが形成される。

【0023】すなわち、黒鉛製ルツボ10の内壁が均一な炭化タンタル12aでコーティングされているものを用いて炭化珪素単結晶22を製造しているため、黒鉛製ルツボ10の内壁から蒸発した炭素が種結晶である炭化珪素単結晶基板21に付着してマイクロパイプが発生することを抑制することができ、さらに炭化珪素原料粉末20の昇華ガスのSi/C比を均一にすることができる。このため、形成された炭化珪素単結晶22は、結晶

欠陥の少ない高品質な炭化珪素単結晶にすることができる。

【0024】この後、炭化珪素単結晶22を黒鉛製ルツボ10の蓋材10bから取り外し、得られた結晶をスライス、研磨することにより炭化珪素単結晶からなる半導体ウェハが完成する。このウェハをX線回折およびラマン分光により結晶面方位、結晶構造(多形)を判定した結果、炭化珪素単結晶6は6H型の(0001)面方位を有していることが確認された。このように完成したウェハを用いて、大電力用の縦型MOSFET、pnダイオード、ショットキーダイオード等の半導体装置を作製することができる。

【0025】上記実施形態では、黒鉛製ルツボ10の内壁を炭化タンタル12aでコーティングしたものを示したが、タンタル製のルツボの内壁を炭化することで、内壁が炭化タンタルでコーティングされたルツボとし、このルツボを用いて炭化珪素単結晶を製造しても上記と同様の効果をえることができる。但し、タンタルは高価な材料なものであることから、タンタル使用量はできるだけ少ないほうが好ましく、タンタルを部分的に用いたほうの使用量を少なくできるため、上記実施形態に示した黒鉛製ルツボ10を用いたほうがコスト削減を図ることができる。

【0026】また、上記実施形態では、黒鉛製ルツボ10内にタンタル板12を入れ、その後タンタル板12を黒鉛製ルツボ10内で炭化するようにしていたが、黒鉛製ルツボ10の内壁の形状に成形したタンタルを先に炭化させておいて、その後黒鉛製ルツボ10に入れるようにしても上記実施形態と同様の効果を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】タンタルの表面に炭化タンタルのコーティングを施す方法を説明するための断面図である。

【図2】黒鉛製ルツボ10の内壁に炭化タンタルのコーティングを施す方法を説明するための断面図である。

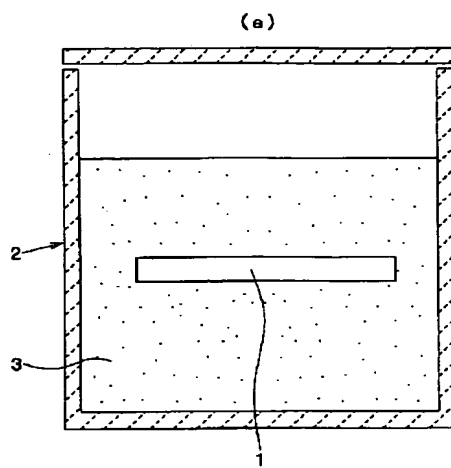
【図3】内壁が炭化タンタルでコーティングされた黒鉛製ルツボ10を示す断面図である。

【図4】内壁が炭化タンタルでコーティングされた黒鉛製ルツボ10を用いて炭化珪素単結晶を製造する工程を説明するための断面模式図である。

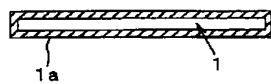
【符号の説明】

1…タンタル板、1a…炭化タンタル、2…ルツボ、3…炭素粉末、10…黒鉛製ルツボ、10a…ルツボ本体、10b…蓋材、11…ルツボ、12…タンタル板、12a…炭化タンタル、13…炭素粉末、20…炭化珪素原料粉末、21…炭化珪素単結晶基板(種結晶)、22…炭化珪素単結晶。

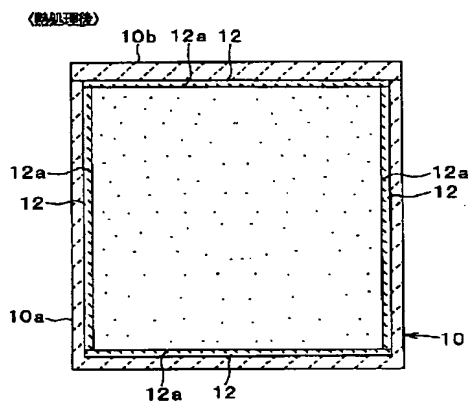
【図 1】



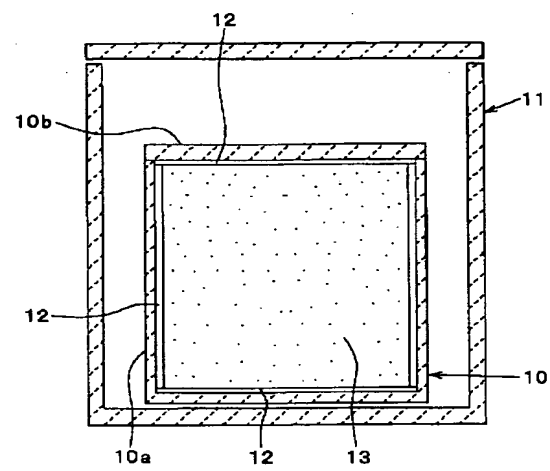
(b)



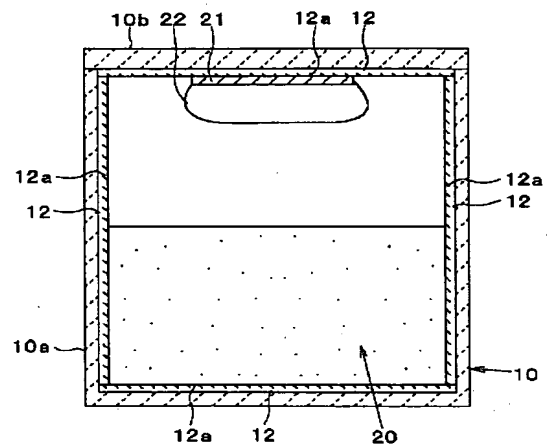
【図 3】



【図 2】



【図 4】



フロントページの続き

(72) 発明者 木藤 泰男
愛知県刈谷市昭和町 1 丁目 1 番地 株式会
社デンソー内

THIS PAGE BLANK (USPTO)